

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

PAT-NO: JP406254764A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06254764 A  
TITLE: REGENERATING METHOD FOR POLISHING  
LIQUID  
PUBN-DATE: September 13, 1994

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
TAKENAKA, ATSUYOSHI  
TAKAKUSA, TOSHIHARU  
SUGIZAKI, MASUO

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
ASAHI GLASS CO LTD N/A

APPL-NO: JP05067639  
APPL-DATE: March 3, 1993

INT-CL (IPC): B24B057/02

ABSTRACT:

PURPOSE: To perform the effective regeneration of polishing liquid by a method wherein an electrolytic material is added in the polishing liquid to dissolve a polished removed fundamental component, polishing grains in the polishing liquid are settled to separate the fundamental component from a polishing grain component.

CONSTITUTION: In the regeneration of polishing liquid used for polishing of

a glass base substance and a ceramics base substance, especially a glass base substance and a ceramics base substance containing an Si component and/or an Al component, by first adding an electrolytic material, such as an electrolytic material made of alkali, an alkali hydroxide metal or an alkali carbonate metal, in the polishing liquid, a polished removed base substance component is brought into a dissolved state and polishing grains in the polishing liquid are settled. This method causes separation of a base substance component in the polishing liquid from a polishing grain component therein and removal of the base substance component in the polishing liquid through removal of supernatant liquid in which the base substance component is dissolved. Secondly, fresh water is added and liquid on the side where the fresh water is added is used as polishing liquid.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-254764

(43)公開日 平成6年(1994)9月13日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

B 2 4 B 57/02

識別記号

庁内整理番号

7234-3C

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数13 F D (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-67639

(22)出願日 平成5年(1993)3月3日

(71)出願人 000000044

旭硝子株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72)発明者 竹中 敦義

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72)発明者 高草 俊治

神奈川県横浜市鶴見区末広町1丁目1番地

旭硝子株式会社京浜工場内

(72)発明者 杉崎 満寿雄

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 泉名 謙治

(54)【発明の名称】 研磨液の再生方法

(57)【要約】

【構成】研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、基体成分と研磨砥粒成分とを分離した後、基体成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにした研磨液の再生方法。

【効果】研磨速度を維持し、研磨液の基体表面への付着によるシミ欠点の発生を防止することができる研磨液の再生が可能である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】基体の研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、研磨液中の基体成分と研磨砥粒成分とを分離した後、基体成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにしたことを特徴とする研磨液の再生方法。

【請求項2】Si成分を含有する基体の研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分中のSi成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、研磨液中のSi成分と研磨砥粒成分とを分離した後、Si成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体のSi成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにしたことを特徴とする研磨液の再生方法。

【請求項3】Al成分を含有する基体の研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分中のAl成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、研磨液中のAl成分と研磨砥粒成分とを分離した後、Al成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体のAl成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにしたことを特徴とする研磨液の再生方法。

【請求項4】電解質物質として、アルカリ性電解質物質を用いることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項5】電解質物質として、水酸化アルカリ金属、又は炭酸アルカリ金属を用いることを特徴とする請求項4の研磨液の再生方法。

【請求項6】電解質物質として、アルカリ性電解質物質を20mM以上加え、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項7】電解質物質として、アルカリ性電解質物質を100～500mM加え、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項8】電解質物質として、アルカリ性電解質物質を20mM以上加え、50℃～100℃に保温して、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項9】電解質物質として、塩酸、硫酸、硝酸、有

機酸などのアルカリ金属塩、あるいはアンモニウム塩を用いることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項10】電解質物質として、アルカリ金属塩、あるいはアンモニウム塩を20mM以上加え、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項11】電解質物質として、アルカリ金属塩、あるいはアンモニウム塩を50～150mM加え、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項12】電解質物質として、アルカリ金属塩、あるいはアンモニウム塩を20mM以上加え、50℃～100℃に保温して、研磨液中の基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨砥粒を沈降させることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項の研磨液の再生方法。

【請求項13】請求項1～3のいずれか1項の沈降分離処理を連続して複数回行うことを特徴とする研磨液の再生方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ガラス基体やセラミックス基体用の研磨液の再生方法、特にSi成分及び/又はAl成分を含有するガラス基体やセラミックス基体の研磨において用いられた研磨液の中に蓄積された基体成分中のSi成分及び/又はAl成分を分離除去することによって初期研磨速度を維持し、研磨液付着によるシミ欠点を防止しうることができるようにした研磨液の再生方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】板状体のガラス基体やセラミックス基体の表面を平滑にするため、基体の表面を研磨砥粒を含有する研磨液を利用して研磨したとき、研磨時間の経過とともに研磨速度が低下するという欠点が生じたり、長時間に渡り研磨液を交換せずに研磨した場合、基体表面に付着物が析出し、これが基体表面のシミ欠点として発生するという欠点等があった。従来においては、研磨速度が低下し、基体成分の析出によるシミ欠点が発生するようになった研磨液を有効に再生する方法が見出されていなかった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、ガラス基体やセラミックス基体の表面を平滑にするため、基体の表面を研磨砥粒を含有する研磨液を利用して研磨したとき、研磨時間の経過とともに研磨速度が低下し、研磨液の付着によるシミ欠点が発生するという原因の究明のため研究を行った結果、研磨液に研磨除去された基体成

分、特にSi成分（例えばシリカ成分）やAl成分が蓄積するためであることが判明した。そこで、研磨液中より上記Si成分やAl成分をいかに分離除去するかが問題となった。本発明は、効率的に研磨液中よりSi成分やAl成分を有効に分離除去することで、研磨速度が低下し、基体成分の析出によるシミ欠点が発生するようになった研磨液を有効に再生できる研磨液の再生方法を提供することを目的とする。

#### 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、前述の問題点を解決すべくなされたものであり、基体の研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、研磨液中の基体成分と研磨砥粒成分とを分離した後、基体成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにしたことを特徴とする研磨液の再生方法を提供する。

【0005】また、本発明は、Si成分及び／又はAl成分を含有する基体の研磨に使用された研磨液に電解質物質を添加し、研磨除去された基体成分中のSi成分及び／又はAl成分を可溶化させるとともに、研磨液中の研磨砥粒を沈降させ、研磨液中のSi成分及び／又はAl成分と研磨砥粒成分とを分離した後、Si成分及び／又はAl成分が可溶化されている上澄み液を除去して研磨液中の基体のSi成分及び／又はAl成分を除去し、次いで新たな水を添加し、この新たな水の添加された側の液を研磨液として供するようにしたことを特徴とするSi成分及び／又はAl成分を含有する基体用の研磨液の再生方法を提供する。

【0006】本発明における電解質物質としては、NaOH、KOH、LiOH等の水酸化アルカリ金属や、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{K}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Li}_2\text{CO}_3$ 等の炭酸アルカリ金属などのアルカリ性電解質物質、あるいは塩酸、硫酸、硝酸、有機酸などのアルカリ金属塩、アンモニウム塩などのような一般的な電解質物質などを用いることができる。

【0007】前述したアルカリ性電解質物質を用いる場合、かかるアルカリ性電解質物質を20mM（ミリ・モル／リットル。以下同じ）以上の濃度になるように研磨液に添加する。また、後述したアルカリ金属塩やアンモニウム塩のような一般的な電解質物質を用いる場合も同様に、かかる電解質物質を20mM以上の濃度になるように研磨液に添加する。

【0008】このアルカリ性電解質物質を研磨液に添加した後は、研磨液を50～100℃で保温する。この処理により研磨液中の研磨除去された基体成分、例えばSi成分は、ケイ酸に、加水分解して研磨液に可溶化し、また例えばAl成分はアルミン酸に加水分解して研磨液

に可溶化する。

【0009】アルカリ性電解質物質を研磨液に添加し可溶化処理する時、シリカ等のSi成分や、Al成分の分解速度と後処理への影響から、電解質濃度は特に100～500mMとするのが好ましい。また、後述するアルカリ金属塩やアンモニウム塩のような一般的な電解質物質を用いる場合には、同様の理由により電解質濃度を特に50～150mMとするのが好ましい。後者の場合、電解質濃度を50～150mMとすることにより、浮遊性のシリカ粒子、アルミナ粒子の除去に対して効果がある。この場合、必要に応じて、NaOHなどでpH調整を行い沈降を促進させることができる。

【0010】また、研磨液を50～100℃で保温した後は、放冷し、その後約30分以上静置すると、研磨除去された基体成分の可溶化したSi成分や可溶化したAl成分は研磨液の上澄み液に存在するようになり、研磨液の酸化セリウム等の研磨砥粒は、研磨液中に沈降し、研磨除去された基体成分と研磨砥粒成分とが分離状態となる。沈降分離した後、研磨液のSi成分やAl成分の可溶化している上澄み液を除去して、研磨液中のSi成分やAl成分等の基体成分を除去し、次いで新たな水、例えば純水、水道水等の水を所望量添加する。この新たな水の添加された側の液は、研磨液として再度供される。この再生された研磨液は、再使用前に、硫酸などで中和してpH調整することが望ましい。

【0011】本発明においては、アルカリ性電解質物質でSi成分、Al成分を分解・可溶化して沈降分離・上澄み液交換した後、さらに一般的な電解質物質で沈降分離・上澄み液交換を行うと、除去効率がより高くなり好ましい。

【0012】本発明の研磨液の再生方法は、上記したように使用された研磨液に電解質物質を添加してSi成分やAl成分を可溶化して上澄み液を新たな水と交換し、Si成分やAl成分を除去し、再度研磨液として使用する方法であるので、このSi成分やAl成分の除去をすることができ、研磨コストの低減を図ることもできる。

【0013】本発明において使用される研磨液の研磨剤としては、特に限定されるものではない。例えば、ガラス基体を研磨する場合には、酸化セリウムが代表的なものとして挙げられるが、ジルコニア系、アルミナ系、ガーネット系、その他の研磨剤であっても何ら差し支えない。

【0014】本発明による研磨液の再生方法は、研磨液中に蓄積されたSi成分、Al成分を有効に除去することができるので、これらの成分が研磨中に発生するガラス基体やセラミック基体やガラス・セラミック基体のようなSi成分及び／又はAl成分を含有する基体の研磨に使用する研磨液の再生方法として最適である。

【0015】

【作用】本発明において、上記のようなSi成分、Al成分の除去処理を施すことにより、研磨液中のSi成分、特にシリカ成分、Al成分の濃度は低下し、析出しにくくなる。よって、基体成分の溶解は促進され、研磨パッドなどの目詰まりがなくなり、研磨速度が低下せずに維持されることが考えられる。また、Si成分、Al成分が研磨された基体表面に析出しにくくなることで、シミ欠点が低減・防止されることが考えられる。

## 【0016】

## 【実施例】

(実施例1) 25リットルの酸化セリウム系研磨剤を含有するガラス用研磨液にNaOHを100mM加え、50℃で2時間保温後、上澄み液の約75%を水道水で交換し、Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を50mM加え、30分静置した後、更にその上澄み液の約75%を水道水で交換して、pHを約8に調整した。この研磨液を再使用した場合、30cm×32cmのガラス板を30枚以上研磨しても、研磨速度は初期速度の92~95%を保ち、未処理連続使用時の50~60%と比べて著しく高かった。また、研磨液の付着によるシミ欠点は発生無しか発生してもきわめて薄いものであった。

【0017】(実施例2) 25リットルの酸化セリウム系研磨剤を含有するガラス用研磨液にNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を70mM加え、pHを約12に調整して30分静置した後、更にその上澄み液の約75%を水道水で交換した。約pH8に調整後、この研磨液を再使用した場合、研磨液の付着によるシミ欠点は発生無しか発生してもきわめて薄いものであった。

【0018】(実施例3) 管球パネル研磨用の酸化セリ

ウム系研磨剤を含有するガラス用研磨液にNaOH500mM加え、70~75℃で2~4時間保温した後、上澄み液75~80%を水道水と交換した。この水補充後、再度上澄み液交換を行った後、pH8に調整した。この研磨液を再使用した場合、研磨速度の低下は小さく、研磨液の付着による欠点はほとんど発生しなかった。

## 【0019】

【発明の効果】研磨液中の研磨砥粒とシリカ等のSi成分、Al成分を分離する方法として、自然沈降又は遠心分離法はなどが考えられるが、これらの方法は分離効率を高めることが困難であり、研磨砥粒が粘土状に固化して再分散しにくく、研磨液の再生・再使用の点で不十分であった。これに対し、本発明のように、使用された研磨液への電解質物質の添加することによる凝析・塩析効果で沈降分離した研磨砥粒は、固化しにくく、再分散性が良好であるという利点がある。

【0020】また、本発明によれば、以下のような効果が奏される。

- 1) Si成分、Al成分の除去処理を行うことで、研磨速度を高く維持することが可能になり、生産性を向上できる。
- 2) また、Si成分、Al成分の除去処理を行うことで、研磨液の付着によるシミ欠点を低減・防止することが可能になり、歩留りを向上できる。
- 3) さらに、Si成分、Al成分の除去処理を行うことで、研磨液の飛沫が乾燥しても硬い膜が形成できにくく、研磨傷の原因となる固形異物を低減できる。